

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-277912

(43)Date of publication of application : 02.10.2003

---

(51)Int.Cl.

C23C 14/08

---

(21)Application number : 2002-086668

(71)Applicant : NATIONAL INSTITUTE FOR  
MATERIALS SCIENCE

(22)Date of filing : 26.03.2002

(72)Inventor : GOTO MASAHIRO  
KONISHI YOKO  
KASAHARA AKIRA  
TOSA MASAHIRO  
YOSHIHARA KAZUHIRO

---

(54) FILM DEPOSITION METHOD FOR COPPER OXIDE THIN FILM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a film deposition method for a copper oxide thin film, a method enabling the coefficient of friction to be controlled.

SOLUTION: In the method of plasma film deposition for a copper oxide thin film on a film-deposition substrate, a relative position between this substrate and a target or an evaporating source is selected or varied, thereby depositing a copper oxide thin film having a different composition ratio in the contents of CuO, Cu<sub>2</sub>O, and Cu.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 30.09.2002

[Date of sending the examiner's decision of  
rejection]

[Kind of final disposal of application other than  
the examiner's decision of rejection or  
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2003-277912  
(P2003-277912A)

(43)公開日 平成15年10月2日(2003.10.2)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>  
C 2 3 C 14/08

識別記号

F I  
C 2 3 C 14/08

データベース\*(参考)  
J 4 K 0 2 9

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願2002-86668(P2002-86668)

(22)出願日 平成14年3月26日(2002.3.26)

(71)出願人 301023238  
独立行政法人物質・材料研究機構  
茨城県つくば市千現一丁目2番1号  
(72)発明者 後藤 真宏  
茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立  
行政法人物質・材料研究機構内  
(72)発明者 小西 陽子  
茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立  
行政法人物質・材料研究機構内  
(72)発明者 笠原 章  
茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立  
行政法人物質・材料研究機構内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 酸化銅薄膜の成膜方法

(57)【要約】

【課題】 摩擦係数を制御可能とした酸化銅薄膜の成膜方法を提供する。

【解決手段】 成膜用基板上に酸化銅薄膜をプラズマ成膜する方法において、成膜用基板とターゲットまたは蒸発源との相対位置を選択または変更することにより、CuO、Cu<sub>2</sub>O、およびCuの含有組成比の異なる酸化銅薄膜を成膜する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 成膜用基板上に酸化銅薄膜をプラズマ成膜する方法において、成膜用基板とターゲットもしくは蒸発源との相対位置の選択もしくは変更により、CuO、Cu<sub>2</sub>O、およびCuの含有組成比の異なる酸化銅薄膜を成膜することを特徴とする酸化銅薄膜の成膜方法。

【請求項2】 所定範囲の摩擦係数を有する酸化銅薄膜を成膜することを特徴とする請求項1の酸化銅薄膜の成膜方法。

【請求項3】 CuOをターゲットとしてプラズマスパッタ成膜することを特徴とする請求項1または2の酸化銅薄膜の成膜方法。

【請求項4】 プラズマ成膜された酸化銅薄膜であって、CuO、Cu<sub>2</sub>OおよびCuの含有組成比によって摩擦係数が定められていることを特徴とする酸化銅薄膜。

【請求項5】 請求項4の酸化銅薄膜により摺動面がコーティングされていることを特徴とする摺動装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】この出願の発明は、酸化銅薄膜の成膜方法に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、空气中または超真空中の摩擦係数が制御された酸化銅薄膜とこれを成膜するための新しい酸化銅薄膜の成膜方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術と発明の課題】高温、高温中で高速回転するタービンや、宇宙ステーションの駆動装置等の極限環境下で使用する機器や装置の場合には、これらを構成する部材としては摩擦材料であることが望まれているが、これらの環境下では、部材への原子状酸素の衝突にともなう摩擦係数の増大という問題がある。酸化劣化による摩擦係数の増大である。

【0003】この問題点を解消するための方策として、酸化物であって、しかも低摩擦性である材料を用いることが考慮されるが、実際には、このような酸化物材料はほとんど見出されていないのが実情である。

【0004】たとえば、原材料が極めて安価で、取扱いが容易でもある銅酸化物については、このものが大気中ならびに真空中での摩擦係数が大きいと、低摩擦材料としての利用は不可能であると考えられてきた。しかしながら、酸化物薄膜を用いた低摩擦材料が実現できれば、極めて安価な原材料を用いることができ、しかも酸化物であることから酸化による摩擦係数の増大の心配がないため、電力分野や航空・宇宙分野などの様々な分野で応用できるものと期待される。

【0005】そこで、この出願の発明は、以上の通りの事情に鑑みてなされたものであり、低い摩擦係数を持つ薄膜の形成を容易とすることのできる、新しい技術手段

を提供することを課題としている。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】この出願の発明は、上記の課題を解決するものとして、第1に、成膜用基板上に酸化銅薄膜をプラズマ成膜する方法において、成膜用基板とターゲットもしくは蒸発源との相対位置の選択もしくは変更により、CuO、Cu<sub>2</sub>O、およびCuの含有組成比の異なる酸化銅薄膜を成膜することを特徴とする酸化銅薄膜の成膜方法を提供する。

【0007】また、この出願の発明は、第2に、所定範囲の摩擦係数を有する酸化銅薄膜を成膜することを特徴とする上記の酸化銅薄膜の成膜方法を提供し、第3には、CuOをターゲットとしてプラズマスパッタ成膜することを特徴とする酸化銅薄膜の成膜方法を提供する。

【0008】そして、この出願の発明は、第4には、プラズマ成膜された酸化銅薄膜であって、CuO、Cu<sub>2</sub>OおよびCuの含有組成比によって摩擦係数が定められていることを特徴とする酸化銅薄膜を提供し、さらに、この出願の発明は、第5に、上記の酸化銅薄膜により摺動面がコーティングされていることを特徴とする摺動装置をも提供するものである。

【0009】従来、銅酸化物は大気中ならびに真空中において摩擦係数が大きく、低摩擦材料としては全く注目されてこなかったが、この出願の発明者は、プラズマ成膜においては摩擦係数を左右するCuO、Cu<sub>2</sub>O、Cuの3成分の組成比を変化させることが可能であることを見出し、実際に、X線構造解析によって、結晶成長方位、結晶性といった構造因子も変化させることが可能であることを明らかにした。この出願の発明は、このような知見に基づきなされたものである。そして、この出願の発明により、摩擦特性だけでなく電気特性や光学特性などの諸特性を変化させることも可能となる。

## 【0010】

【発明の実施の形態】この出願の発明は、上記のとおりの特徴をもつものであるが、以下に、その実施の形態について説明する。

【0011】この出願の発明である酸化銅薄膜の成膜方法においては、成膜用基板上に酸化銅薄膜をプラズマ気相成膜する。そして、成膜用基板とターゲットもしくは蒸発源との相対位置を選択、または変更することにより、生成される酸化銅薄膜におけるCuO、Cu<sub>2</sub>O、およびCuの含有組成比をコントロールすることができる。

【0012】プラズマ成膜は、従来から知られているスパッタリング（スパッタ）やイオンプレーティング等の、いわゆる減圧（真空）下での低温プラズマと呼ばれている方法として実施することができる。たとえばマグネトロンスパッタ、高周波励起イオンプレーティング等の方法である。なお、蒸発源物質が用いられる場合には、これらは、抵抗加熱やイオンビーム照射等によって

蒸発させることができる。レーザーアブレーション法が採用されてもよい。

【0013】プラズマ成膜における成膜用基板とターゲットまたは蒸発源との相対位置は、実際的には、距離として考えることができる。

【0014】この出願の発明は、以上の特徴を持つものであるが、以下に実施例を示し、さらに具体的に説明する。

【0015】

【実施例】ターゲットにCuOを用いたマグネトロンスパッタ蒸着を、汎用性のあるSUS304ステンレス鋼鏡面研磨表面（表面粗さ約40nm）に対して施した。この際の条件は次のとおりとした。

【0016】スパッタターゲット：CuO 99.9% 純度

真空度：約 $1 \times 10^{-4}$  Pa以下

Ar：純度99.999%、0.4 Pa

RFパワー：100W

基板温度：333K

予備加熱時間：15分

スパッタ時間：30分

プラズマ中の基板の位置（ターゲットー基板間の距離）を変化させて成膜を行った。材料の構造はX線構造解析により評価した。さらに、大気から超高真空領域まで雰囲気を変化させてSUS304銅摩擦力測定も行い、摩擦の圧子材料依存性も測定した。図1に、ターゲットー基板間の距離ごとのX線回折スペクトルを示す。図2および図3に、それぞれステンレス、サファイア圧子を用いた時の大気中の超高真空中での酸化銅薄膜の摩擦係数の変化を示す。

【0017】図1より、ターゲットー基板間の距離を変化させた場合、X線回折スペクトルが、それぞれ異なることがわかる。図2にそれらのスペクトル強度比を示す。

【0018】図3において、横軸はターゲットー基板間の距離を示しており、また、縦軸は摩擦係数を示している。ターゲットー基板間の距離が45mm、または、65mmである薄膜においては、真空中での摩擦係数と大気中での摩擦係数がほぼ等しいことがわかる。一方、ターゲットー基板間の距離が60mmである場合には、真空中の摩擦係数が大気中でのそれと比して低い値を示していることがわかる。逆に、55mmでは、大気中よりも真空中において摩擦係数が非常に大きな値を示している。このようにCuO、Cu<sub>2</sub>O、Cuの組成比および

構造が、大気中および真空中での摩擦係数決定の主要因になっていることが明らかとなった。

【0019】図4において、横軸はターゲットー基板間の距離を示しており、また、縦軸は摩擦係数を示している。ターゲットー基板間の距離が45mmの薄膜以外は、真空中で摩擦係数が増大し、473Kにて表面吸着物を減少させた表面では、さらに大きな摩擦係数の増大が見られる。これは、表面に吸着した水分子が摩擦の低減を担っていると考えることができる。しかし、ターゲットー基板間の距離を45mmとして成膜した薄膜においては、これとは反対に真空中での吸着物の減少に伴い、摩擦係数が減少することがわかった。これは、ターゲットー基板間の距離を45mmとして成膜した薄膜が、真空中で非常に良好な低摩擦特性を示していると考えられる。

【0020】

【発明の効果】この出願の発明によって、以上詳しく説明したとおり、摩擦係数を制御可能とした酸化銅薄膜の成膜方法が提供される。

【0021】この出願の発明である酸化銅薄膜の成膜方法により、大気中および超高真空中において小さな摩擦係数を有する酸化銅薄膜の成膜がはじめて実現され、また、成膜される酸化銅薄膜の組成および構造を変化させることで、摩擦係数を任意に制御することが容易に可能となることから、タービン、真空遮断器や宇宙駆動材料などの電力分野、航空・宇宙用部材のコーティング材料の製造に貢献するものと考えられる。また、この出願の発明の酸化銅薄膜は、酸化による摩擦係数の増大を回避できるため長寿命な低摩擦材料として利用でき、さらには、用途に応じて摩擦係数の異なるコーティングを施すことも可能であることから、コーティング材料として強く実用化が期待される。

【図面の簡単な説明】

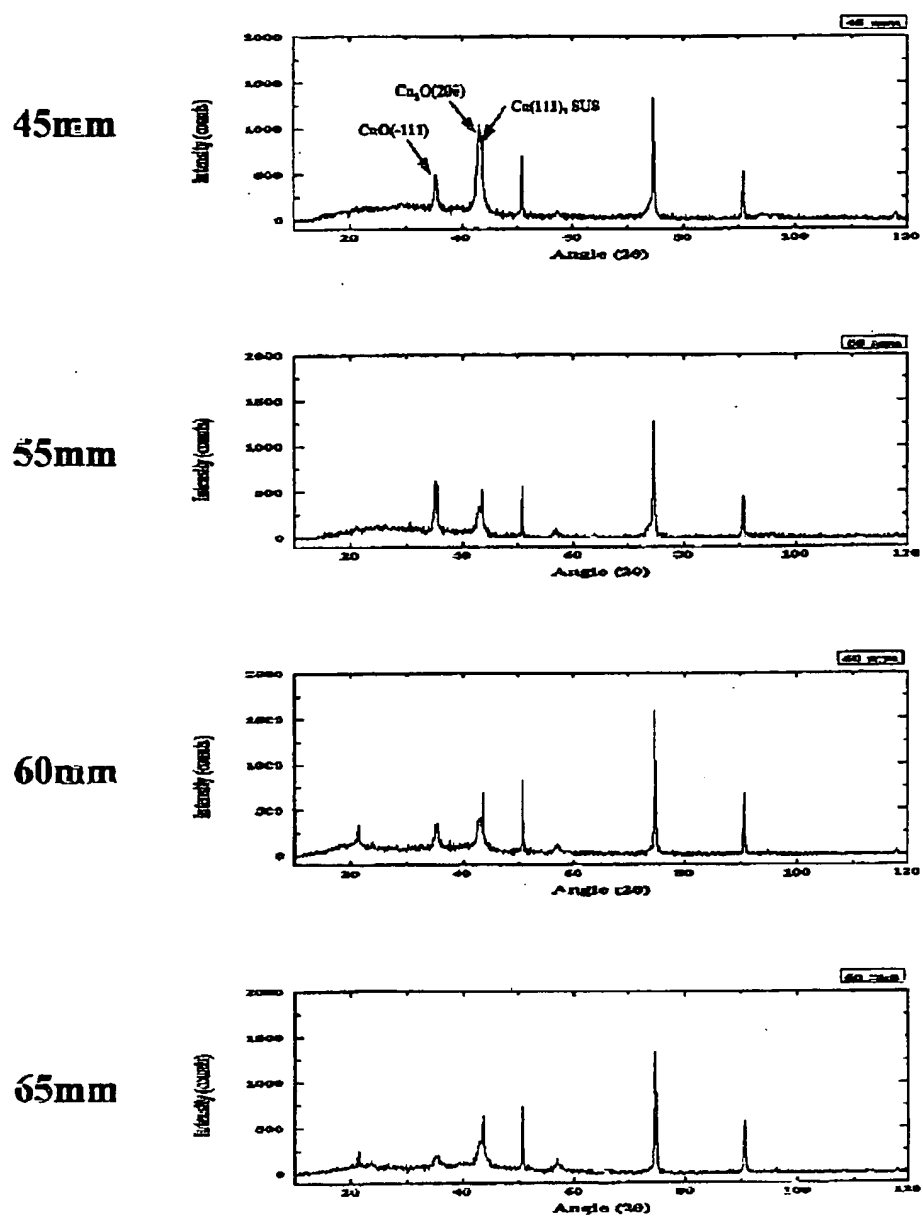
【図1】ターゲットー基板間の距離ごとのX線回折スペクトルについて示したグラフである。

【図2】CuO、Cu<sub>2</sub>O、Cuのスペクトル強度比を示した図である。

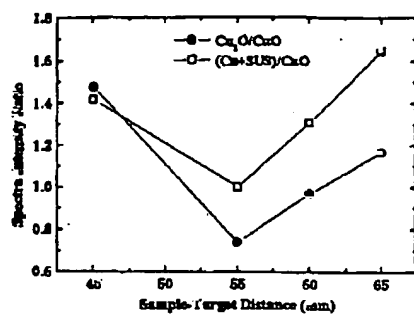
【図3】ステンレス圧子を用いた時の大気中と超高真空中での酸化銅薄膜の摩擦係数の変化について示したグラフである。

【図4】サファイア圧子を用いた時の大気中と超高真空中での酸化銅薄膜の摩擦係数の変化について示したグラフである。

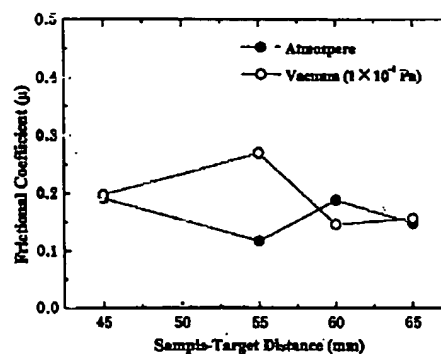
【図1】



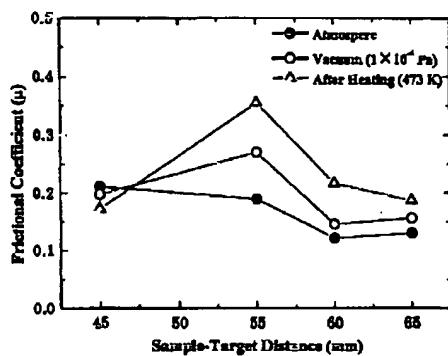
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 土佐 正弘  
茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立  
行政法人物質・材料研究機構内

(72)発明者 吉原 一紘  
茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立  
行政法人物質・材料研究機構内  
Fターム(参考) 4K029 BA43 BB00 BC00 BD04 CA00  
CA01 CA05 DC05